

(19)



JAPANESE PATENT OFFICE

AC

42 96
= SR

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: **61257459 A**

(43) Date of publication of application: **14.11.86**

(51) Int. Cl

C22F 1/04
C22C 21/00

(21) Application number: **60099069**

(22) Date of filing: **10.05.85**

(71) Applicant: **FURUKAWA ALUM CO LTD**

(72) Inventor:
TOGAMI YOSHIRO
ASAMI SHIGENORI
OOSHIMA TSUTOMU

(54) MANUFACTURE OF ALUMINUM FOIL

(57) Abstract:

PURPOSE: To manufacture Al foil having no pinholes by controlling conditions during soaking, the time from the end of the soaking to the beginning of hot rolling, the hot rolling, cold rolling and process annealing so as to reduce the amount of soluble impurities and to inhibit the precipitation of Si as a simple substance.

CONSTITUTION: The composition of an ingot is composed of, by weight, 0.1W1% Fe, 0.005W0.05% Ti, <0.3% Si, <0.03% Cu, <0.01% Mg, <0.01% Mn and the balance Al. The ingot is soaked at 470W580°C for

2W24hr, cooled to 380W470°C, hot rolled at 380W470°C starting temp. and 210W260°C finishing temp., cold rolled at 50% draft and subjected to continuous process annealing at 400W600°C for 210min. Cold rolling is then carried out again to manufacture Al foil.

COPYRIGHT: (C)1986,JPO&Japio

USPS EXPRESS MAIL
EL 871 050 090 US
DECEMBER 21 2001

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

昭61-257459

⑬ Int.Cl.⁴

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 昭和61年(1986)11月14日

C 22 F 1/04
C 22 C 21/00

A-6793-4K
6411-4K

審査請求 未請求 発明の数 1 (全7頁)

⑮ 発明の名称 アルミニウム箔地の製造法

⑯ 特 願 昭60-99069

⑰ 出 願 昭60(1985)5月10日

⑱ 発 明 者 戸 上 義 朗 日光市清滝桜ヶ丘町1番地 古河アルミニウム工業株式会社技術研究所内
⑲ 発 明 者 浅 見 重 則 日光市清滝桜ヶ丘町1番地 古河アルミニウム工業株式会社日光工場内
⑲ 発 明 者 大 嶋 務 福井県坂井郡三国町黒目21番地1 古河アルミニウム工業株式会社福井工場内
⑳ 出 願 人 古河アルミニウム工業株式会社 東京都千代田区丸の内2丁目6番1号
㉑ 代 理 人 弁理士 箕 浦 清

明 細 書

1. 発明の名称 アルミニウム箔地の製造法
2. 特許請求の範囲
- (1) Fe 0.1~1.0 wt%、Ti 0.005~0.5 wt%、
Si 0.3 wt%以下、Cu 0.03 wt%以下、Mg
0.01 wt%以下、Mn 0.01 wt%以下、残部Al
からなる鋳塊を470~580℃で2~24時間
均熱処理した後、380~470℃まで冷却し、
380~470℃で熱間圧延を開始し210~260
℃で圧延を終了し、これに圧下率50%以上の
冷間圧延と連続焼鈍伊による400~600℃で
10分以内の中間焼鈍を施し、しかる後冷間圧
延を行なうことを特徴とするアルミニウム箔地
の製造法。
- (2) 均熱処理した後、50℃/時以下の平均冷却
速度で380~470℃まで冷却する特許請求の
範囲第1項記載のアルミニウム箔地の製造法。
- (3) 均熱処理した後、380~470℃まで冷却し、
その温度で30分以上加熱保持して熱間圧延を

開始する特許請求の範囲第1項又は第2項記載
のアルミニウム箔地の製造法。

3. 発明の詳細な説明

産業上の利用分野

本発明はアルミニウム箔地の製造法に関し、
特にピンホール^尾の少ない箔^尾25μm以下の箔地
を製造するためのものである。

従来の技術

一般にアルミニウム箔地は用途によつて異な
るが、厚さ5.0~200μmのものが多く用いら
れており、通常Cu 0.04 wt%以下(以下wt%を
単に%と略記)、Si 0.2%以下、Fe 0.25%
以下、Mn 0.03%以下、Mg 0.03%以下、Zn
0.04%以下、Ti 0.03%以下、Al 99.7%以
上のJIS 1070、Cu 0.10%[%]以下、Si+Fe 0.7%
以下、Mn 0.05%[%]、Zn 0.05%以下、Al 99.3
%以上のJIS 1N30、Cu 0.05~0.20%、
Si 0.6%以下、Fe 0.7%以下、Mn 1.0~1.5%、
Zn 0.10%以下、残部AlのJIS 3003 から
なる。

これ等は銅塊を均熱化処理してから熱間圧延し、しかる後冷間圧延と箔地焼鈍を行なつて造られている。しかしながら箔圧が25 μ m以下になるとピンホールの発生を避けることができず、透湿度(通気度)が増大する欠点があり、用途によつてはこれが大きな問題となつてゐる。

最近特公昭59-19186号公報に圧延硬化の少ない箔圧延性に優れたアルミニウム箔地の製造法が提案された。この方法はF \bullet 0.1~0.8 $\%$ 、Ti0.003~0.8 $\%$ を含有し、不純物としてSiを0.2 $\%$ 以下、Cuを0.03 $\%$ 以下、Mnを0.008 $\%$ 以下、Mgを0.008 $\%$ 以下に抑え、残部Alからなる銅塊を500~600 $^{\circ}$ Cで均熱化処理した後、熱間圧延してから圧下率50 $\%$ 以上の冷間圧延を加え、その後280~340 $^{\circ}$ Cで箔地焼鈍を行なうものである。この方法によれば均熱化処理と箔地焼鈍の組み合わせにより、単体Siを積極的に析出させて圧延硬化を減少させ、この圧延硬化の減少によつて圧延条件の組み合わせを若干緩やかなものとするにより、

- 3 -

る。

問題点を解決するための手段

本発明はこれに鑑み種々検討の結果、均熱化条件、均熱化後から熱間圧延を開始するまでの条件、熱間圧延条件、冷間圧延条件及び中間焼鈍条件を制御して固溶不純物量を減少せしめ、単体Siの析出を抑えることによりピンホールの少ない箔地を製造し得ることを知見し、更に検討の結果ピンホールの少ない箔を製造することができるアルミニウム箔地の製造法を開発したもので、F \bullet 0.1~1.0 $\%$ 、Ti0.005~0.5 $\%$ 、Si0.3 $\%$ 以下、Cu0.03 $\%$ 以下、Mg0.01 $\%$ 以下、Mn0.01 $\%$ 以下、残部Alからなる銅塊を470~580 $^{\circ}$ Cで2~24時間均熱処理した後、380~470 $^{\circ}$ Cまで冷却し、380~470 $^{\circ}$ Cで熱間圧延を開始して210~260 $^{\circ}$ Cで圧延を終了し、これに圧下率50 $\%$ 以上の冷間圧延と連続焼鈍炉による400~600 $^{\circ}$ Cで10分以内の中間焼鈍を施し、しかる後冷間圧延を行なうことを特徴とするものである。

- 5 -

ピンホール数を少なくすることができるとしてゐる。

発明が解決しようとする問題点

単体Siを積極的に析出させることにより、圧延硬化を若干緩やかなものとする事は可能であるが、合せ圧延を行なう箔物箔では逆にピンホール発生の大きな原因となつてゐる。即ちSiは耐摩耗性材料に添加されるようにそれ自体非常に硬い物質であり、これが柔かいAlマトリックス中に存在すると、圧延によつて薄くなつていく場合、変形して伸ばされるのはAlマトリックスのみで単体Siが変形することはない。従つてAlマトリックスと単体Siの界面は加工硬化が進んで不安定な状態となる。更に単体Siは再結晶前の旧粒界等の転位密度の高い領域に集団となつて析出する傾向が強い。このようなことから硬い単体Si粒子が柔かいAlマトリックス中に集団となつて存在することになり、重ね合せ圧延を行なうような箔物箔ではピンホールの発生の大きな原因となつてい

- 4 -

即ち本発明者等は箔のピンホール数及び圧延硬化に関する一連の研究から次のような知見を得た。

- (1) 圧延硬化は固溶不純物量と密接な関係があり、固溶Fe、Si、Mg、Cu、Mnは何れも加工軟化を抑制し、圧延硬化の要因となるばかりか、ピンホールを増大する。
- (2) 圧延硬化と圧延性の間には、箔地素板から箔圧延の1パス又は2パスの領域で高圧下の可能な圧延速度の上がるものは箔地素板からの加工硬化率が小さい。ただし強度の絶対値はさほど問題ではない。
- (3) 箔物に仕立てたときのピンホール数と箔の組織を対応させたところ、ピンホールの多いものには単体Siの析出が多く見られ、ピンホールの少ないものには単体Siの析出がほとんど見られず、かわりにAl-Fe-Si系の化合物が見られる。

このような知見に基づきピンホール数が少なく、しかも圧延性を良好にする箔地の製造法と

- 6 -

しては、固溶不純物量の低減を計り、かつ固溶Si量の低減をAl-Fe-Si系化合物として単体Siの析出を抑制する必要がある。これについて更に検討の結果、上記製造法を得たものである。

作用

本発明においてFe含有量を0.1~1.0%と限定したのは、Feは適度の強度の増加及び結晶粒の微細化効果があり、更に箔圧延の最終パスにおいて加工軟化させる効果を示すも、0.1%未満では効果が少なく、1.0%を越えると耐食性を低下するためである。

Ti含有量を0.005~0.05%と限定したのは、Tiは鍛造組織を微細均一な等軸晶とするために必要な元素であるが、0.005%未満では効果が少なく、0.05%を越えても大幅な効果が期待できないためである。尚Tiの添加はAl-Ti母合金又は/及びAl-Ti-B母合金として添加すればよい。

Si含有量を0.3%以下と限定したのは、Si

- 7 -

としたものである。

上記組成の鋳塊を470~580℃で2~24時間均熱処理するのは、鋳塊中の固溶不純物量の低減、特に固溶Si量をAl-Fe-Si系化合物として減少させるためで、470℃未満では効果が少なく、580℃を越えると鋳塊中のAl₂Fe₃晶出物が安定なAl₂Fe₃化合物となり、Al-Fe-Si系化合物へと変化しないため、固溶Siを減少させることができないためである。また処理時間が2時間未満では均熱効果が少なく、24時間を越えても固溶Si量の減少が望めないためである。

次に均熱処理後、380~470℃まで冷却して熱間圧延を開始するが、この冷却において50℃/時以下の冷却速度で冷却するか又は/及び380~470℃の範囲で30分以上加熱保持することにより、鋳塊中の固溶不純物量を減少させ、中でも固溶SiをAl-Fe-Siの金属間化合物として析出させることができる。このようにして380~470℃で熱間圧延を開

- 9 -

はAlに対する固溶度が大きく、圧延硬化を促進させるため、できるだけ少ない方がよいのである。即ちSi含有量を0.01%以下に抑えることができればそれだけでピンホール数が少なく、圧延性の優れた箔地の製造が可能となる。しかしSiはAl地金に不可避免的に含まれるところから後工程においてAl-Fe-Si系化合物として固溶Si量を減少させることができる量から0.3%以下に抑えたもので、0.3%を越えると固溶Si量が増加し、ピンホール数を増大するばかりか、圧延性も劣化する。

Cu含有量を0.03%以下、Mg含有量を0.01%以下、Mn含有量を0.01%以下と限定したのは、これ等元素はSi同様Al地金に不可避免的に含まれ、Alに対する固溶度が大きく、圧延硬化を促進させるため、できるだけ少なく抑える必要があるためである。しかしこれ等元素は箔地にある程度の強度を持たせるために多少含有させる必要があり、この面からCuを0.03%以下、Mgを0.01%以下、Mnを0.01%以

- 8 -

始し、210~260℃で終了するのは、熱間圧延中にも硬い単体Siの析出が起るところから熱間圧延の際及び熱間圧延後のコイル巻取りにおける単体Siの析出を抑えるためであり、開始温度が380℃未満では変形抵抗が大きく生産性が劣り、470℃を越えると熱間圧延中に単体Siが析出し易くなる。また終了温度が210℃未満では圧延油の巻込みが生じ易く、260℃を越えると単体Siの析出が起り易くなるためである。尚上記温度範囲で熱間圧延を行えばAl-Fe-Si系化合物が積極的に析出し、単体Siの析出を抑えることができる。

またその後の冷間圧延における圧下率を50%以上としたのは、素材にある臨界加工度以上の塑性変形を与えた後、ある温度以上に加熱することにより転位密度の高い領域から新たに転位密度の小さい結晶粒に成長させるためである。即ちこの再結晶において結晶粒度が小さいほど、箔圧延における重ね合せ圧延の合せ面が良好なものとなるため、再結晶により平均粒径を50

- 10 -

μm 以下とすることが望ましく、このためには圧下率を50%以上とする必要がある。

次に連続焼鈍炉により400~600℃で10分以内の中間焼鈍を行なうのは、箔地を軟質させて結晶粒を微細均一にすると共に、単体Siを析出させることなく、Al-Fe-Si系化合物を均一微細に析出させてその後の冷間圧延を容易にするためであり、中間焼鈍温度が400℃未満では短時間で軟質化させることができず、600℃を越えると結晶粒が粗大となりやすく、更に析出物のマトリックスへの再固溶が進むようになるためである。また焼鈍時間が10分を越えると結晶粒が粗大となりやすく、析出物もマトリックスへと再固溶するようになり好ましくない。

実施例(1)

第1表に示す組成のアルミニウム合金を常法により製造し、これらを530℃で6時間均熱処理した後、430℃まで40℃/時の冷却速度で冷却し、400℃で熱間圧延を開始し、220~

250℃で圧延を終了するようにして、この間に厚さ4mmに圧延した。これを厚さ0.8mmまで冷間圧延した後、連続焼鈍炉により500℃で90秒の中間焼鈍を行ない、しかる後厚さ0.42mmまで冷間圧延し、これを箔圧延により厚さ5.0 μm の箔に仕上げた。

これ等について圧延性を評価すると共に厚さ5.0 μm の箔についてピンホール数を測定した。これ等の結果を第1表に併記した。

尚圧延性の評価は上記箔圧延工程において、厚さ0.2mmでサンプルを採取して引張強さを測定し、厚さ0.2mmから0.1mmまでの圧延パス回数を調べた。圧延は2段圧延機を用い、前方、後方張力なし、潤滑油なしの条件で行なつた。また厚さ0.8mmから厚さ5.0 μm の箔に仕上げるまでの間にサンプルを採取し、厚さ0.8mmから厚さ5.0 μm の箔に仕上げるまでの加工硬化曲線を作成した。その結果を第1図に示す。

第 1 表

製 造 法	No.	組 成 例							引張強さ (Kg/mm^2)	圧延回数 (回)	ピンホール 数 (個/ m^2)
		Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Ti	Al			
本発明法	1	0.007	0.046	0.015	0.002	0.001	0.012	残	15.0	10	100
	2	0.14	0.045	0.014	0.002	0.002	0.014	残	15.8	11	200
比較法	3	0.35	0.047	0.015	0.001	0.002	0.015	残	17.2	20	5000
	4	0.13	0.045	0.013	0.02	0.02	0.014	残	18.1	26	30000
	5	0.14	0.047	0.035	0.003	0.002	0.013	残	16.7	23	7000

第1図及び第1表から明らかなように、本発明法№1～2は加工硬化が比較的小さくピンホール数も少ないのに対し、Si含有量の多い比較法№3、Mn及びMg含有量の多い比較法№4、Cu含有量の多い比較法№5は何れも本発明法№1～2と比較し、圧延性が悪くピンホール数も非常に多くなっていることが判る。

実施例(2)

Si 0.13%, Fe 0.47%, Cu 0.013%, Mn 0.003%, Mg 0.002%, Ti 0.013%, 残部Alからなる合金を常法により溶解鋳造し、鋳塊を530℃で6時間均熱処理した後、40℃/時の冷却速度で種々の熱間圧延温度まで冷却し、種々の条件で熱間圧延を行ない、これより透過電顕サンプルを作成し、EDX(エネルギー分散型X線マイクロアナライザー)により単体Si析出の有無を調べた。その結果を第2図に示す。

図は縦軸に熱間圧延終了温度、横軸に熱間圧延開始温度を取り、単体Siの析出の有無を示したもので、図中○印は単体Siの析出なし、

△印は単体Siのわずかな析出、×印は単体Siの析出が多いものを示す。

図から明らかなように、熱間圧延開始温度が380～470℃、終了温度が210～260℃であれば単体Siの析出を抑制できることが判る。実施例(3)

Si 0.14%, Fe 0.46%, Cu 0.013%, Mn 0.003%, Mg 0.001%, Ti 0.014%, 残部Alからなる合金を常法により溶解鋳造し、鋳塊を第2表に示す製造条件で均熱処理、冷却、4.0mmまで熱間圧延、0.8mmまで冷間圧延、中間焼鈍、冷間圧延により厚さ0.42mmとし、これを箔圧延により厚さ5.0mmの箔に仕上げた。

これ等について実施例(1)と同様にして圧延回数とピンホール数を測定すると共に、厚さ0.42mmの箔地について単体Siの析出量を調べた。これ等の結果を第2表に示す。

製法	均熱処理 温度(℃)	均熱時間 (hr)	冷却条件	熱間圧延 開始温度(℃)	熱間圧延 終了温度(℃)	中間焼鈍 温度(℃)	中間焼鈍 時間(分)	単体Si 析出量(%)	圧延 回数(回)	ピンホール 数(個/cm ²)
6	530	6	430℃まで40℃/時で冷却	400	240	500	90	0.006	11	200
7	530	6	430℃まで冷却後430℃で1時間加熱	400	240	500	90	0.008	11	250
8	530	6	430℃まで40℃/時で冷却後430℃で1時間加熱	400	240	500	90	0.005	11	180
9	500	6	400℃まで40℃/時で冷却	380	240	450	90	0.009	12	300
10	560	6	470℃まで40℃/時で冷却	450	250	550	90	0.006	12	200
11	500	6	430℃まで40℃/時で冷却	400	220	500	90	0.007	11	200
12	600	6	400℃まで40℃/時で冷却	400	240	500	90	0.006	16	3000
13	530	6	400℃まで40℃/時で冷却	400	240	500	90	0.028	13	3000
14	580	6	400℃まで40℃/時で冷却	500	300	500	90	0.018	13	2000
15	560	6	400℃まで40℃/時で冷却	400	240	500	1000	0.006	20	5000

第2表から明らかなように本発明法№6～11は何れも単体Siの析出が少なく、加工性も良好でピンホール数も少ないことが判る。

これに対し均熱処理温度が高い比較法№12、中間焼鈍温度が低い比較法№13、熱間圧延開始温度及び終了温度が高い比較法№14、中間焼鈍時間が長い比較法№15は何れもピンホール数が増大している。

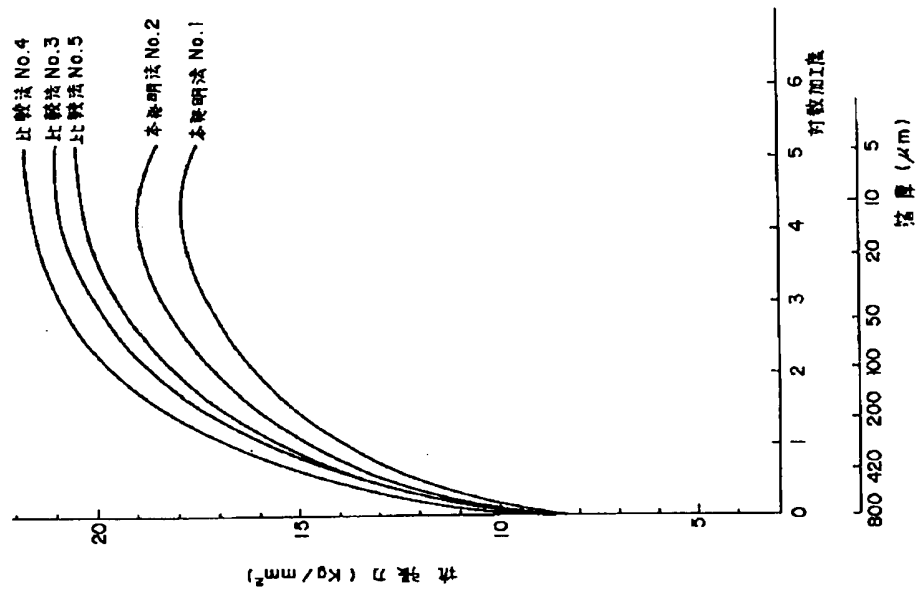
発明の効果

このように本発明によればピンホールの少ない箔地を容易に製造し得るもので、透過性(通気性)の少ないアルミニウム箔を提供することができる顕著な効果を実現するものである。

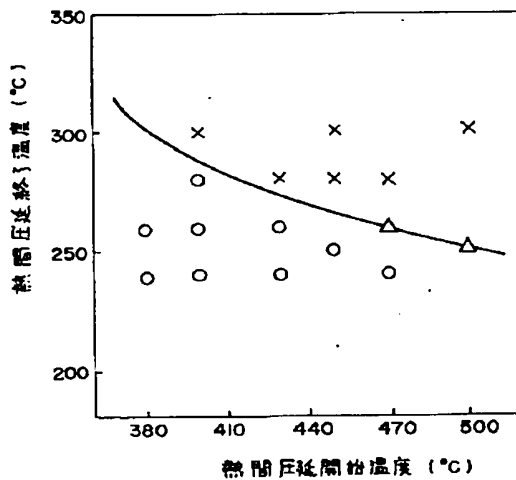
4. 図面の簡単な説明

第1図は本発明法における箔地の加工硬化に及ぼすSi、Fe、Mn、Mg等の影響を示す説明図、第2図は本発明法における単体Siの析出に及ぼす熱間圧延開始温度と終了温度の影響を示す説明図である。

第1図



第2図



手続補正書 (自発)

昭和60年11月19日

特許庁長官 宇賀道郎 殿



1. 事件の表示

昭和60年 特許願 第99069号

2. 発明の名称

アルミニウム箔地の製造法

3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

住所 東京都千代田区丸の内2丁目6番1号

名称 古河アルミニウム工業株式会社

4. 代理人

住所 東京都千代田区神田北乗物町16番地

〒101 英ビル3階

電話 (252) 6619 (代)

氏名 (6348) 弁理士 箕淵 清



5. 補正の対象

明細書の特許請求の範囲の欄及び発明の詳細な説明の欄



(別 紙)

6. 補正の内容

- (1) 特許請求の範囲を別紙の通り訂正する。
- (2) 発明の詳細な説明において、第3頁第3行に「箔圧」とあるを「箔厚」と訂正する。
- (3) 同第3頁第10行に~~それぞれ~~
「Ti 0.003～0.8%」とあるを
「Ti 0.003～0.08%」と訂正する。
- (4) 同第5頁第11行～第12行に
「Ti 0.005～0.5%」とあるを
「Ti 0.005～0.05%」と訂正する。
- (5) 同第8頁第20行に
「Mnを0.01%以」とあるを
「Mnを0.01%以下」と訂正する。
- (6) 同第14頁第16行に「単体Si」とあるを
「単体Siの」と訂正する。
- (7) 同第17頁第11行に「透過性」とあるを
「透湿性」と訂正する。

特許請求の範囲

- (1) Fe 0.1～1.0wt%、Ti 0.005～0.05wt%、
Si 0.3wt%以下、Cu 0.03wt%以下、Mg
0.01wt%以下、Mn 0.01wt%以下、残部Alか
らなる鋳塊を470～580℃で2～24時間均熱処
理した後、380～470℃まで冷却し、380～
470℃で熱間圧延を開始し210～260℃で圧延
を終了し、これに圧下率50%以上の冷間圧延と
連続焼鈍による400～600℃で10分以内の中間
焼鈍を施し、しかる後冷間圧延を行なうことを
特徴とするアルミニウム箔地の製造法。
- (2) 均熱処理した後、50℃/時以下の平均冷却速
度で380～470℃まで冷却する特許請求の範囲
第1項記載のアルミニウム箔地の製造法。
- (3) 均熱処理した後、380～470℃まで冷却し、
その温度で30分以上加熱保持して熱間圧延を開
始する特許請求の範囲第1項又は第2項記載の
アルミニウム箔地の製造法。